

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : **2 729 132**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)
②1 N° d'enregistrement national : **95 15720**

⑤1 Int Cl⁶ : C 01 B 33/20, C 01 G 9/00, 23/00, A 61 K 7/42, 7/48

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

②2 Date de dépôt : 29.12.95.

③0 Priorité : 30.12.94 US 374411.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 12.07.96 Bulletin 96/28.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : *MIKI AMERICA INC — US.*

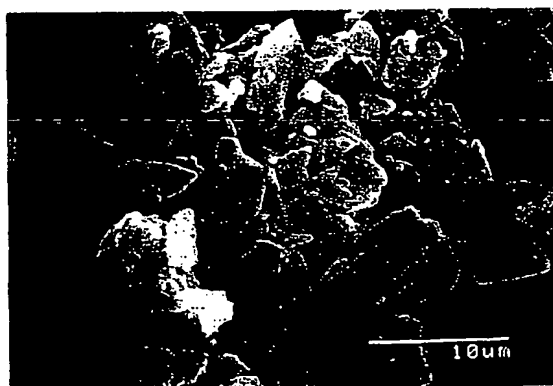
⑦2 Inventeur(s) : MIYOSHI TAIZO et KISHIDA
SHIGERU.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤4 **COMPOSITE PARTICULAIRE, PROCEDE POUR SA PRODUCTION ET COMPOSITION COSMETIQUE LE
CONTENANT.**

⑤7 L'invention concerne un composite particulaire qui
comprend des particules composites comprenant chacune
une particule de substrat entourée par de fines particules
d'oxyde métallique fixées à la surface de la particule de
substrat par un liant contenant au moins un élément choisi
dans le groupe consistant en les savons métalliques et les
cires, la quantité de fines particules d'oxyde métallique
étant comprise entre 10 et 30% en masse et la quantité de
liant étant comprise entre 0,5 et 5% en masse par rapport à
la masse totale desdites particules de substrat, desdites fi-
nes particules d'oxyde métallique et dudit liant, un procédé
pour sa préparation et une composition cosmétique le
contenant.



FR 2 729 132 - A1



La présente invention concerne un composite particulaire ou poudre composite à base de particules de substrat recouvertes de particules d'oxydes métalliques micronisés qui est utile notamment dans les compositions cosmétiques et les compositions de soin pour la peau et un procédé pour sa préparation. Plus
5 particulièrement, la présente invention concerne une composition cosmétique pulvérulente comprimée efficace pour protéger la peau contre les rayons ultra-violets.

Les bases pulvérulentes comprimées connues qui sont caractérisées par une protection anti-UV comprennent dans leur formulation du dioxyde de titane
10 micronisé ayant une taille moyenne de particule inférieure à 100 nm. Pour obtenir la position voulue contre les rayons ultraviolets nocifs, on utilise une quantité atteignant 10 % en masse ou plus de dioxyde de titane micronisé. L'utilisation de quantités importantes de dioxyde de titane ayant une taille moyenne de particule inférieure à 100 nm a tendance à provoquer une agglomération de la composition
15 cosmétique qui réduit la protection contre les rayons UV et rend simultanément la composition excessivement opaque sur la peau, phénomène connu comme étant l'effet de "blanchissement". De plus, ces bases pulvérulentes comprimées ont un toucher rugueux après avoir été appliquées à la peau.

Une autre approche visant à conférer aux compositions cosmétiques
20 une protection anti-UV consiste à incorporer des agents organiques liquides formant écran anti-UV tels que l'octyldiméthyl-PABA et le p-méthoxycinnamate d'éthylhexyle. Cependant, l'utilisation d'agents liquides formant écran UV de ce type est limitée aux lotions à base d'huile et aux compositions cosmétiques de type émulsion. Il n'est pas possible d'obtenir la protection voulue contre les UV en
25 utilisant uniquement des agents organiques liquides formant écran contre les UV dans des bases pulvérulentes comprimées.

On connaît aussi des bases pulvérulentes comprimées contenant un composite de dioxyde de titane micronisé et de poudres en forme de billes thermo-
plastiques. On sait qu'un matériau composite est généralement un matériau
30 complexe dans lequel deux ou plusieurs substances individuelles sont combinées par des moyens physiques et/ou chimiques pour former un seul matériau homogène possédant des propriétés structurales et/ou fonctionnelles que ne possèdent pas les constituants individuels. Dans le composite connu mentionné ci-dessus, constitué par du dioxyde de titane et des poudres en forme de billes
35 thermoplastiques, il est possible de disposer sur la surface des poudres thermoplastiques une quantité atteignant 30 % en masse de poudre de dioxyde de titane

micronisé. Pour obtenir la protection voulue, une base pulvérulente comprimée doit contenir jusqu'à 20 % de ce composite. L'utilisation de cette quantité relativement importante de poudre en forme de billes dans les bases pulvérulentes comprimées non seulement pose des problèmes concernant la compressibilité de la composition, mais aussi entraîne une instabilité de la composition cosmétique dans les récipients au cours du transport, en particulier au cours du transport par l'utilisateur de la composition cosmétique. De plus, du fait de la forme sphérique des billes, les poudres en forme de billes se séparent très facilement de la peau et ne confèrent pas une protection prolongée contre les UV lorsqu'une telle protection est essentielle.

La demande de brevet japonais publiée avant examen n° 5-87545 décrit un procédé pour préparer et utiliser du mica recouvert de titane. Ce procédé décrit l'utilisation de mica uniquement comme substrat et concerne principalement la transparence relative du pigment revêtu par rapport à un mica recouvert de titane conventionnel ou à un pigment opalescent en général. De plus, ce procédé utilise du sulfate de titane comme matière première pour former le dioxyde de titane, ce qui signifie que l'ensemble de la réaction doit se dérouler en milieu aqueux. Ce procédé en suspension comprend en outre une filtration, un séchage et une calcination à une température pouvant atteindre 900°C pour convertir le revêtement d'oxyde hydraté en oxyde cristallin. Du fait de la température élevée de la calcination, le substrat de base est limité aux matériaux qui sont stables à une telle température. En outre, les coûts associés à cette série d'étapes rendent le mica recouvert de dioxyde de titane micronisé trop cher comme substrat cosmétique.

La demande de brevet japonais mise à la disposition du public n° 5-214257 décrit un procédé pour préparer et utiliser des pigments prédispersés sur des particules en forme d'écailles grâce à un mécanisme dit de "mélange ordonné". Ce procédé concerne uniquement le mécanisme de dispersion de pigments ayant une taille de particules inférieure à 5 µm dans des substrats ayant un indice de forme de 10 à 120. Ce procédé n'indique pas l'utilisation de dioxyde de titane micronisé comme agent de revêtement servant d'agent formant écran contre les UV et ne décrit pas non plus l'utilisation d'un système liant.

Le brevet US n° 4 772 331 décrit un procédé pour préparer des pigments en forme d'écailles colorées comprenant des substrats en écailles sur la surface desquels un pigment coloré finement divisé est fixé au moyen d'un liant organique de masse moléculaire élevée. Selon ce brevet, le liant est limité aux composés organiques de masse moléculaire élevée tels que les polyéthylène-

glycols, les polypropylèneglycols et les polyvinylpyrrolidones ayant une masse moléculaire d'environ 500 à 160 000. Du fait que toute la réaction doit se dérouler en milieu liquide, ce procédé présente non seulement le problème potentiel d'une agglomération des pigments colorés pendant le processus de séchage, mais aussi le problème que les coûts associés aux étapes de filtration, de séchage et de pulvérisation rendent le matériau produit par ce procédé trop coûteux pour être utilisé comme substrat cosmétique.

La présente invention a pour but de fournir une poudre composite constituée par des particules composites comprenant chacune une particule de substrat recouverte de particules d'oxyde métallique micronisé liées à la particule de substrat par un liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires.

La présente invention a également pour but de fournir un procédé de préparation de la poudre composite ci-dessus.

La présente invention a également pour but de fournir une composition cosmétique contenant la poudre composite décrite ci-dessus qui a un toucher lisse, onctueux et agréable sur la peau et qui conserve sa transparence.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux dans la description détaillée qui suit et se réfère aux dessins annexés, donnés uniquement à titre d'exemple, et dans lesquels :

les figures 1 et 2 sont des photographies du composite particulaire selon la présente invention, et

la figure 3 représente un test portant sur le facteur de transmission dans le domaine UV/visible réalisé au moyen d'un spectromètre dans l'exemple 1 et dans l'exemple comparatif 1 décrits dans la suite.

La poudre composite selon la présente invention consiste essentiellement en particules composites constituées chacune par une particule de substrat (ou particule de noyau) qui est recouverte d'une multiplicité de fines particules d'oxyde métallique. Les fines particules sont réparties sur la surface de la particule de substrat et sont liées à cette surface par un liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires.

Les particules de substrat ou de noyau peuvent être des poudres organiques ou des poudres inorganiques ayant différentes formes. Cependant, on préfère des particules de substrat ayant des formes non sphériques telles que des particules lamellaires ou des particules sous forme de feuilles, de flocons ou de plaquettes, dans le cas où elles sont utilisées dans des compositions cosmétiques

pulvérulentes comprimées. Ces particules de substrat non sphériques sont par exemple constituées par du talc, du mica, de la séricite, du kaolin ou du mica de type fluorophlogopite synthétique et sont utilisées individuellement ou en combinaison. Les particules de substrat ayant une taille moyenne de particule comprise entre 1 et 20 μm (mesurée par diffraction laser sur une base volumique) conviennent pour la plupart des formulations cosmétiques, de même que des particules de substrat ayant un diamètre compris entre 1 et 50 μm et un indice de forme au moins égal à 10.

Les fines particules d'oxyde métallique sont des particules ayant une taille moyenne qui est au plus égale à 1/10e de la taille moyenne de particule des particules de substrat. Pour être utilisées comme agents formant écran anti-UV dans des compositions cosmétiques, les particules d'oxyde métallique micronisé doivent avoir une taille (mesurée par diffraction laser sur une base volumique ou par observation au microscope électronique à balayage) inférieure à 100 nm pour être efficaces pour minimiser la pénétration des rayons UV ayant une longueur d'onde de 200 à 400 nm. Les particules d'oxyde métallique micronisé peuvent éventuellement être recouvertes d'alumine ou de silice ou d'alumine et de silice pour réduire la réactivité photochimique relativement élevée de l'oxyde métallique micronisé. Pour les formulations cosmétiques, le dioxyde de titane micronisé et l'oxyde de zinc micronisé, utilisés isolément ou en combinaison, constituent des agents formant écran anti-UV particulièrement utiles.

Les fines particules d'oxyde métallique sont liées aux particules de substrat par un liant (contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires) qui facilite aussi la dispersion des particules d'oxyde métallique sur la surface des particules de substrat avant que les particules d'oxyde métallique soient liées aux particules de substrat. Les sels d'aluminium, de calcium, de lithium, de magnésium, de titane, de zinc et de zirconium d'acides gras acceptables du point de cosmétique constituent des exemples de savons métalliques appropriés pour les cosmétiques et les cires peuvent être par exemple des triglycérides hydrogénés. Le savon métallique et la cire peuvent être utilisés isolément ou en combinaison. Le savon métallique et la cire sont des solides qui peuvent être ramollis et fondus partiellement à une température inférieure à 220°C, de préférence inférieure à 160°C, et leur point de fusion ne peut pas être inférieur à 60°C. Un savon métallique ou une cire ayant un point de fusion supérieur à 160°C nécessitera un temps de traitement bien plus long pour se ramollir ou fondre partiellement afin de former un film autour du substrat,

et les longues durées de traitement ont tendance à provoquer une agglomération des fines particules d'oxyde métallique pendant le procédé. Les composites préparés avec des savons métalliques ou des cires ayant un point de fusion inférieur à 60°C ne sont pas suffisamment stables et présentent à long terme des problèmes potentiels tels que la ségrégation et l'agglomération des fines particules d'oxyde métallique dans la formulation cosmétique. En outre, un savon métallique ou une cire ayant un point de fusion inférieur à 60°C a tendance à avoir un toucher collant qui le rend indésirable dans les formulations cosmétiques.

En combinaison avec le savon métallique ou la cire, il est possible éventuellement d'utiliser des produits chimiques supplémentaires tels que des agents de traitement de la surface pour conférer les caractéristiques voulues à la poudre composite après la formation de celle-ci. La lécithine hydrogénée, les acides aminés et le diméthylpolysiloxane de faible masse moléculaire sont des exemples d'agents de traitement de la surface de ce type. Les processus de traitement de la surface peuvent être mis en oeuvre par des procédés séparés de la manière décrite dans les brevets US n° 4 606 914 et 4 622 074 après la formation de la poudre composite. Chacun de ces agents de traitement supplémentaires confère des propriétés physiques voulues telles que le toucher agréable, l'aptitude à la compression ou la transparence accrue sur la peau.

Les proportions pondérales des fines particules d'oxyde métallique aux particules de substrat sont fonction du degré voulu de revêtement des particules de substrat et des tailles relatives des deux types de particules. En général, on utilise entre 10 et 30 % en masse de fines particules d'oxyde métallique par rapport à la masse totale des particules de substrat, des fines particules d'oxyde métallique et du liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires, pour obtenir un effet d'écran anti-UV acceptable et pour éviter la ségrégation et l'agglomération des fines particules d'oxyde métallique. Pour les formulations cosmétiques, la quantité des fines particules d'oxyde métallique est de préférence comprise entre 20 et 25 % en masse par rapport à la masse totale des particules de substrat, des fines particules d'oxyde métallique et du liant.

La quantité de liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires dans la poudre composite est habituellement comprise entre 0,5 et 5 % en masse par rapport à la masse totale des particules de substrat, des fines particules d'oxyde métallique et du liant. La quantité optimale de liant dépend du rapport des particules de substrat aux fines

particules d'oxyde métallique et de leurs surfaces relatives. Dans les formulations cosmétiques, l'utilisation de plus de 5 % en masse de liant entraîne une détérioration de l'effet d'écran anti-UV des fines particules d'oxyde métallique et réduit aussi la transparence de la composition sur la peau. D'autre part, une quantité de
5 liant inférieure à 0,5 % en masse est insuffisante pour que les fines particules d'oxyde métallique soient suffisamment liées au substrat pour obtenir un effet d'écran anti-UV suffisant et en outre une telle composition conduit à une instabilité de la poudre composite, par exemple à une agglomération des fines
10 particules d'oxyde métallique ou à une séparation des fines particules d'oxyde métallique et du substrat.

La poudre composite est préparée par mise en contact des particules de substrat avec les fines particules d'oxyde métallique en présence du liant à une température à laquelle le liant est ramolli et au moins partiellement fondu, et par
15 malaxage rapide du mélange résultant. Pour faire monter la température pendant le processus de malaxage, il est préférable d'utiliser la chaleur dégagée par la friction des pales du mélangeur au cours d'une durée de traitement prolongée ou la chaleur fournie par un chemisage. Il est possible d'utiliser un mélangeur à grande vitesse
20 muni d'un dispositif chauffant pour préparer la poudre composite. Dans un mélangeur de type discontinu, la vitesse périphérique des pales est de préférence supérieure à 40 m/s pour obtenir une fréquence satisfaisante de collision de la poudre, et le volume total des constituants avant l'opération de mélange doit être
25 égal à 30 à 60 % de la capacité du mélangeur de type discontinu. L'action combinée du chauffage et du malaxage entraîne la formation d'un film de liant sur la surface des particules de substrat. Ce film sert à fixer les fines particules d'oxyde métallique sur la surface des particules de substrat.

Il est essentiel de ne pas utiliser un milieu liquide ou solvant tel que l'eau dans le procédé selon la présente invention. En effet, un tel milieu liquide entraîne une agglomération des fines particules d'oxyde métallique pendant le
30 procédé et aussi une agglomération de la poudre composite elle-même, ce qui provoque des difficultés supplémentaires. Le procédé selon la présente invention offre de nombreux avantages par rapport aux procédés connus qui utilisent un solvant. Du fait que le procédé selon la présente invention peut être mis en oeuvre dans un mélangeur de type discontinu fermé dans lequel le seul milieu de
35 traitement est gazeux, les fines particules d'oxyde métallique n'ont pas tendance à s'agglomérer. Comme milieu gazeux, on peut utiliser l'air ou différents autres gaz. L'azote et l'argon sont particulièrement intéressants pour certains procédés utilisant

des matériaux relativement instables tels que les savons métalliques contenant des acides gras insaturés. Les proportions des constituants sont mieux respectées dans la poudre composite obtenue selon l'invention que dans celles qui sont obtenues par les procédés connus tels que le procédé en suspension dans lequel certains des constituants y compris l'agent de revêtement tel que le sulfate de titane peuvent être éliminés par entraînement avec le milieu liquide au cours de la filtration. De plus, le procédé de la présente invention ne fait intervenir aucun traitement supplémentaire tel que filtration, calcination, séchage ou pulvérisation, traitements qui sont souvent nécessaires dans les procédés connus.

Les exemples non limitatifs qui sont donnés dans la suite sont destinés à illustrer l'invention de manière plus précise. Dans ces exemples et dans les exemples comparatifs décrits dans la suite, la capacité du mélangeur est de 5 l.

EXEMPLE 1

Un mélange de 200 g de talc ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $8,2 \mu\text{m}$ (Soft talc de la société Miki America) et de 67 g de dioxyde de titane micronisé ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $0,042 \mu\text{m}$ (UFTR de la société U.S. Cosmetics) a été malaxé avec 5,3 g de stéarate de zinc de qualité USP (United States Pharmacopeia) d'un point de fusion compris entre 115°C et 125°C (Witco Co.) dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min. La vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température des poudres à l'intérieur du mélangeur à la fin du processus était de 120°C . L'échantillon avait une faible absorption d'huile, une bonne transparence et de bonnes caractéristiques de glissement, et la fixation uniforme du dioxyde de titane micronisé sur la surface du talc a été confirmée par observation au microscope électronique à balayage. Les figures 1 et 2 représentent des photographies au microscope électronique à balayage de la poudre composite obtenue dans l'exemple 1. Pour tester la stabilité du composite, l'échantillon a été agité dans l'eau dans un bécher pour examiner s'il était possible de détacher le dioxyde de titane micronisé. Cependant, après 50 opérations d'agitation à la cuillère, l'eau était limpide et l'échantillon ne présentait aucune désintégration dans l'eau. Un test supplémentaire concernant la stabilité de l'échantillon a été mis en oeuvre. Un mélange de 0,5 g de l'échantillon dans 20 ml d'alcool éthylique dans un tube à essai a été placé dans un dispositif de nettoyage aux ultrasons (Branson 1200) pendant 5 min. Au bout de 4 h, la limpidité de l'alcool éthylique a été observée

pour évaluer le détachement dû à l'énergie des ultrasons et la formation consécutive d'une suspension des fines particules d'oxyde métallique dans l'alcool éthylique. Au bout de 4 h, la solution était limpide, ce qui confirme la fixation des fines particules de dioxyde de titane sur le talc. L'échantillon a été testé en outre en ce qui concerne son facteur de transmission UV et son effet d'écran anti-UV au moyen d'un spectromètre dans le domaine UV/visible (Shimadzu UV160). La figure 3 montre le résultat de ce test selon lequel l'échantillon a un très faible facteur de transmission dans le domaine des UV-A et B et conserve un facteur de transmission élevé dans le domaine visible.

10

EXEMPLE COMPARATIF 1

Un mélange de 200 g de talc ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $8,2 \mu\text{m}$ (Soft talc de la société Miki America) et de 67 g de dioxyde de titane micronisé ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $0,042 \mu\text{m}$ (UFTR de la société U.S. Cosmetics) a été malaxé avec 5,3 g de stéarate de zinc de qualité USP ayant un point de fusion situé entre 115 et 125°C (Witco Co.) dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min. La vitesse périphérique des pales a été fixée à 30 m/s et la température des poudres à l'intérieur du mélangeur était de 80°C à la fin de l'opération.

L'échantillon avait une absorption d'huile très élevée, une transparence non satisfaisante et un toucher rugueux. Cet échantillon a été testé en ce qui concerne sa stabilité dans l'eau et il est apparu que le dioxyde de titane micronisé se détachait dès l'introduction de l'échantillon dans l'eau. En outre, le test aux ultrasons décrit dans l'exemple 1 a montré que le dioxyde de titane micronisé se séparait du talc. La figure 3 montre que, par rapport à l'échantillon de l'exemple 1, cet échantillon présente un facteur de transmission plus élevé dans le domaine des UV A et des UV B et conserve un facteur de transmission non satisfaisant dans le domaine visible.

30

EXEMPLE 2

Un mélange de 200 g de mica ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $5,8 \mu\text{m}$ (mica MRP de la société Rona) et de 67 g d'oxyde de zinc micronisé (UFZO de la société U.S. Cosmetics) ayant une taille moyenne de particule, déterminée par observation au microscope électronique à balayage, inférieure à $0,02 \mu\text{m}$ a été malaxé avec un

35

mélange de 5,3 g de stéarate de magnésium de qualité USP ayant un point de fusion compris entre 110 et 135°C (société Witco) et de 2,0 g d'huile de jaune d'oeuf hydrogénée (HEON de la société Miyoshi Kasei, Japon) dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min.

5 La vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température des poudres à l'intérieur du mélangeur était de 120°C à la fin de l'opération.

L'échantillon avait une faible absorption d'huile, une bonne transparence et de bonnes propriétés de glissement, et la fixation uniforme de l'oxyde de zinc micronisé a été confirmée par observation au microscope électronique à balayage. La stabilité dans l'eau de l'échantillon a été testée de la manière décrite dans l'exemple 1 et on a constaté que l'eau était limpide après 50 opérations d'agitation.

10 Le test aux ultrasons décrit dans l'exemple 1 a été répété et a confirmé que le composite obtenu ne représentait pas de séparation de l'oxyde de zinc micronisé.

EXEMPLE COMPARATIF 2

Un mélange de 170 g de mica ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de 5,8 μm (mica MRP de la société Rona) et de 95 g d'oxyde de zinc micronisé (UFZO de la société U.S. Cosmetics) ayant une taille moyenne de particule déterminée par observation au microscope électronique à balayage, inférieure à 0,02 μm a été malaxé avec 8,0 g de stéarate de zinc de qualité USP ayant un point de fusion compris entre 110°C et 135°C (société Witco) dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min.

25 La vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température à l'intérieur du mélangeur était de 120°C à la fin de l'opération.

L'échantillon avait une absorption d'huile élevée et une transparence et des propriétés de glissement non satisfaisantes. De plus, au cours du test de stabilité décrit dans l'exemple 1, l'oxyde de zinc micronisé s'est séparé dans l'eau.

30 Par ailleurs, le test aux ultrasons décrit dans l'exemple 1 a montré que l'oxyde de zinc micronisé se séparait du mica.

EXEMPLE COMPARATIF 3

Un mélange de 200 g de mica ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de 5,8 μm (mica MRP de la société Rona) et de 67 g d'oxyde de zinc micronisé (UFZO de la société U.S.

Cosmetics) ayant une taille moyenne de particule, déterminée par observation au microscope électronique à balayage, inférieure à $0,02\ \mu\text{m}$ a été malaxé avec 15,0 g de stéarate de zinc de qualité USP ayant un point de fusion compris entre 110°C et 135°C (société Witco) dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min. La
5 vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température à l'intérieur du mélangeur était de 120°C à la fin de l'opération.

L'échantillon avait une faible absorption d'huile, mais un toucher très rugueux sur la peau. De plus, l'échantillon présentait une adhésion excessive sur la peau et donc une opacité excessive sur la peau. Cependant, l'oxyde de zinc
10 micronisé était stable dans l'eau pendant le test de stabilité décrit dans l'exemple 1.

En outre, le test aux ultrasons décrit dans l'exemple 1 a montré que l'oxyde de zinc micronisé était fixé sur le mica. Cependant, le test portant sur le facteur de transmission UV a mis en évidence un effet d'écran anti-UV trop faible et un très faible facteur de transmission dans le domaine visible.

15

EXEMPLE COMPARATIF 4

Un mélange de 200 g de mica ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $5,8\ \mu\text{m}$ (mica MRP de la société Rona) et de 67 g d'oxyde de zinc micronisé (UFZO de la société U.S.
20 Cosmetics) ayant une taille moyenne de particule, déterminée par observation au microscope électronique à balayage, inférieure à $0,02\ \mu\text{m}$ a été malaxé dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min.

La vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température à l'intérieur du mélangeur était de 120°C à la fin de l'opération.

25 L'échantillon avait une absorption d'huile élevée et une transparence et des propriétés de glissement non satisfaisantes. De plus, l'oxyde de zinc micronisé s'est séparé dans l'eau pendant le test de stabilité décrit dans l'exemple 1.

En outre, le test aux ultrasons décrit dans l'exemple 1 a montré que l'oxyde de zinc micronisé se séparait du mica.

30

EXEMPLE COMPARATIF 5

Un mélange de 200 g de talc ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $8,2\ \mu\text{m}$ (Soft talc de la société Miki America) et de 67 g de dioxyde de titane micronisé ayant une taille
35 moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de $0,042\ \mu\text{m}$ (UFTR de la société U.S. Cosmetics) a été malaxé avec 1,2 g de stéarate

de zinc de qualité USP ayant un point de fusion compris entre 115°C et 125°C (société Witco) dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min. La vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température des poudres à l'intérieur du mélangeur était de 120°C à la fin de l'opération.

5 L'échantillon avait une absorption d'huile élevée et une transparence et des propriétés de glissement non satisfaisantes. De plus, le dioxyde de titane micronisé s'est séparé dans l'eau pendant le test de stabilité décrit dans l'exemple 1.

En outre, le test aux ultrasons décrit dans l'exemple 1 a montré que le dioxyde de titane micronisé se séparait du talc.

10

EXEMPLE COMPARATIF 6

Un mélange de 200 g de mica ayant une taille moyenne de particule sur une base volumique, déterminée par diffraction laser, de 5,8 μm (mica MRP de la société Rona) et de 67 g d'oxyde de zinc micronisé (UFZO de la société U.S.

15 Cosmetics) ayant une taille moyenne de particule, déterminée par observation au microscope électronique à balayage, inférieure à 0,02 μm est malaxé avec 5,3 g de polyéthylèneglycol 600 d'une masse moléculaire moyenne d'environ 500 g/mol dans un mélangeur Mizuho MP-5 pendant 30 min. La vitesse périphérique des pales a été fixée à 40 m/s et la température des poudres à l'intérieur du mélangeur
20 était de 120°C à la fin de l'opération.

Le produit obtenu avait une absorption d'huile élevée et une transparence et des propriétés de glissement non satisfaisantes. De plus, l'oxyde de zinc micronisé s'est séparé dans l'eau pendant le test de stabilité décrit dans l'exemple 1.

25

EXEMPLE 3

Une base pulvérulente comprimée est préparée au moyen de l'échantillon obtenu dans l'exemple 1.

30	Echantillon de l'exemple 1	35,0 % en masse
	Séricite traitée avec un savon métallique	28,0 % en masse
	Mica traité avec de la lécithine hydrogénée	7,0 % en masse
	Dioxyde de titane traité à la diméthicone (polydiméthylsiloxane)	10,0 % en masse
35	Oxyde de fer jaune traité à la diméthicone	2,5 % en masse
	Oxyde de fer rouge traité à la diméthicone	0,8 % en masse

	Oxyde de fer noir traité à la diméthicone	0,3 % en masse
	Billes de silice SB-700	4,0 % en masse
	Oléate de 2-octyldodécyle	4,0 % en masse
	Huile de diméthicone, $20 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ (20 cSt)	8,2 % en masse
5	Conservateurs	0,2 % en masse

La base pulvérulente comprimée obtenue avait un toucher agréable et lisse sur la peau et ne présentait pas de "blanchissement" malgré la teneur élevée en oxyde de titane.

10 Les modes de réalisation particuliers de la présente invention dans lesquels un savon métallique est utilisé comme liant et dans lesquels les particules de substrat ne sont pas sphériques présentent les avantages supplémentaires suivants. Le savon métallique fixe les fines particules d'oxyde métallique aux
15 particules de substrat, mais aussi confère des propriétés qui sont extrêmement souhaitables dans les compositions cosmétiques pulvérulentes, à savoir un toucher onctueux et une grande durabilité. L'utilisation de particules non sphériques améliore l'aspect et la durabilité des compositions cosmétiques à base de poudre.

L'utilisation d'un savon métallique comme liant conduit aussi à un composite pulvérulent qui est hydrophobe, de sorte qu'il convient pour les bases
20 doubles et confère une protection prolongée contre les rayons UV dans des conditions d'emploi à l'extérieur.

La poudre composite de l'invention est caractérisée par une liaison solide et durable des fines particules d'oxyde métallique aux particules de substrat. On observe très peu de séparation des fines particules d'oxyde métallique et des
25 particules de substrat même après que la poudre composite a été soumise à des opérations de mélange et d'agitation dans un milieu liquide, en suspension ou pulvérulent et après qu'elle a été appliquée sur la peau sous forme d'une composition cosmétique. Ainsi, lorsque la poudre composite est utilisée comme agent formant écran anti-UV dans une formulation cosmétique, on obtient une
30 protection durable.

Dans les applications cosmétiques, la poudre composite selon la présente invention peut être utilisée pour formuler non seulement des compositions cosmétiques à base de poudre comprimée, mais aussi d'autres formes de compositions cosmétiques telles que les cosmétiques à base de poudre non comprimée,
35 les rouges à lèvres, les crèmes, les lotions et les aérosols.

REVENDICATIONS

1. Composite particulaire caractérisé en ce qu'il comprend des particules composites comprenant chacune une particule de substrat entourée par de fines particules d'oxyde métallique fixées à la surface de la particule de substrat par un liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires, la quantité de fines particules d'oxyde métallique étant comprise entre 10 et 30 % en masse et la quantité de liant étant comprise entre 0,5 et 5 % en masse par rapport à la masse totale desdites particules de substrat, desdites fines particules d'oxyde métallique et dudit liant.

2. Composite particulaire selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdits savons métalliques sont choisis dans le groupe consistant en les sels d'aluminium, de calcium, de lithium, de magnésium, de titane, de zinc et de zirconium d'acides gras acceptables du point de vue cosmétique.

3. Composite particulaire selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdites cires sont des triglycérides hydrogénés.

4. Composite particulaire selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdites fines particules d'oxyde métallique sont des particules d'au moins un élément choisi dans le groupe consistant en le dioxyde de titane et l'oxyde de zinc micronisés, lesdites fines particules d'oxyde métallique ayant une taille moyenne de particule inférieure à 100 nm.

5. Composite particulaire selon la revendication 4, caractérisé en ce que lesdites fines particules d'oxyde métallique sont recouvertes d'au moins un élément choisi dans le groupe consistant en l'alumine et la silice.

6. Composite particulaire selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite particule de substrat est constituée par au moins un élément choisi dans le groupe consistant en le talc, le mica, la séricite, le kaolin et le mica de type fluorophlogopite synthétique.

7. Procédé de préparation d'un composite particulaire comprenant des particules composites comprenant chacune une particule de substrat entourée par de fines particules d'oxyde métallique fixées à la surface des particules de substrat par un liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à mettre ledites particules de substrat en contact avec ledites fines particules d'oxyde métallique en présence dudit liant à une température à laquelle le liant est ramolli et au moins partiellement fondu et à malaxer le mélange

résultant en l'absence de tout agent de traitement constitué par un milieu liquide ou un solvant.

5 8. Composition cosmétique caractérisée en ce qu'elle comprend un composite particulaire qui comprend des particules composites comprenant chacune une particule de substrat entourée par de fines particules d'oxyde
10 métallique fixées à la surface de la particule de substrat par un liant contenant au moins un élément choisi dans le groupe consistant en les savons métalliques et les cires, la quantité desdites fines particules d'oxyde métallique étant comprise entre 10 et 30 % en masse et la quantité dudit liant étant comprise entre 0,5 et 5 % en
15 masse par rapport à la masse totale desdites particules de substrat, desdites fines particules d'oxyde métallique et dudit liant.

9. Composition cosmétique selon la revendication 8, caractérisée en ce que lesdits savons métalliques sont choisis dans le groupe consistant en les sels
15 d'aluminium, de calcium, de lithium, de magnésium, de titane, de zinc et de zirconium d'acides gras acceptables du point de vue cosmétique.

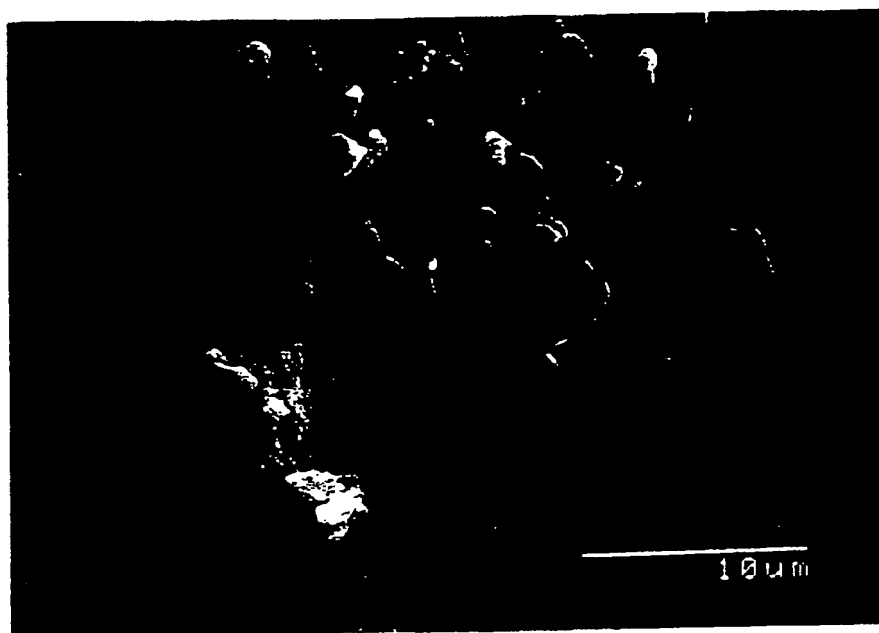
10. Composition cosmétique selon la revendication 8, caractérisée en ce que lesdites cires sont des triglycérides hydrogénés.

11. Composition cosmétique selon la revendication 9, caractérisée en ce que lesdites fines particules d'oxyde métallique sont des particules d'au moins
20 un élément choisi dans le groupe consistant en le dioxyde de titane et l'oxyde de zinc micronisés, et lesdites fines particules d'oxyde métallique ont une taille moyenne de particule inférieure à 100 nm.

12. Composition cosmétique selon la revendication 8, caractérisée en ce que ladite particule de substrat est constituée par au moins un élément choisi
25 dans le groupe consistant en le talc, le mica, la séricite, le kaolin et le mica de type fluorophlogopite synthétique.

FIG. 1

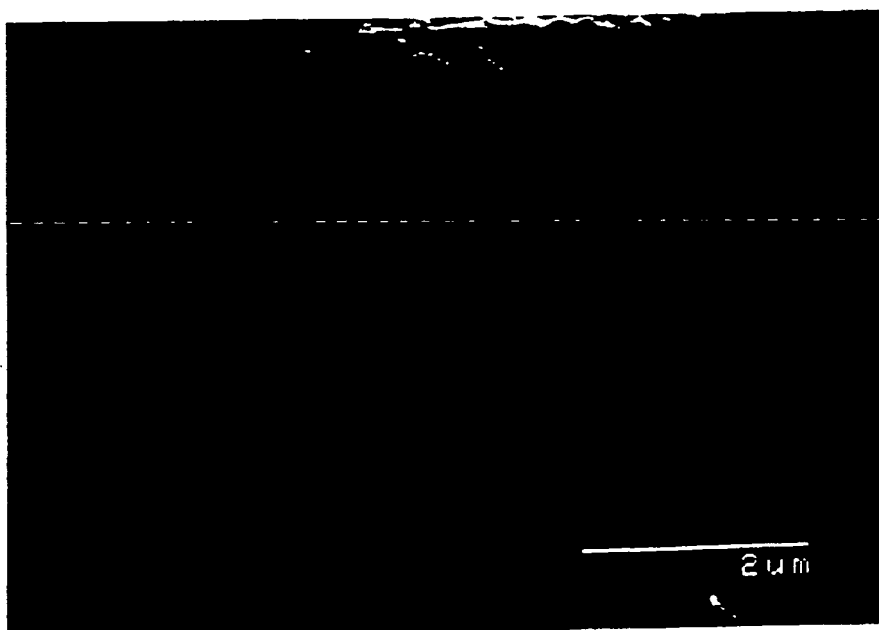
×3000

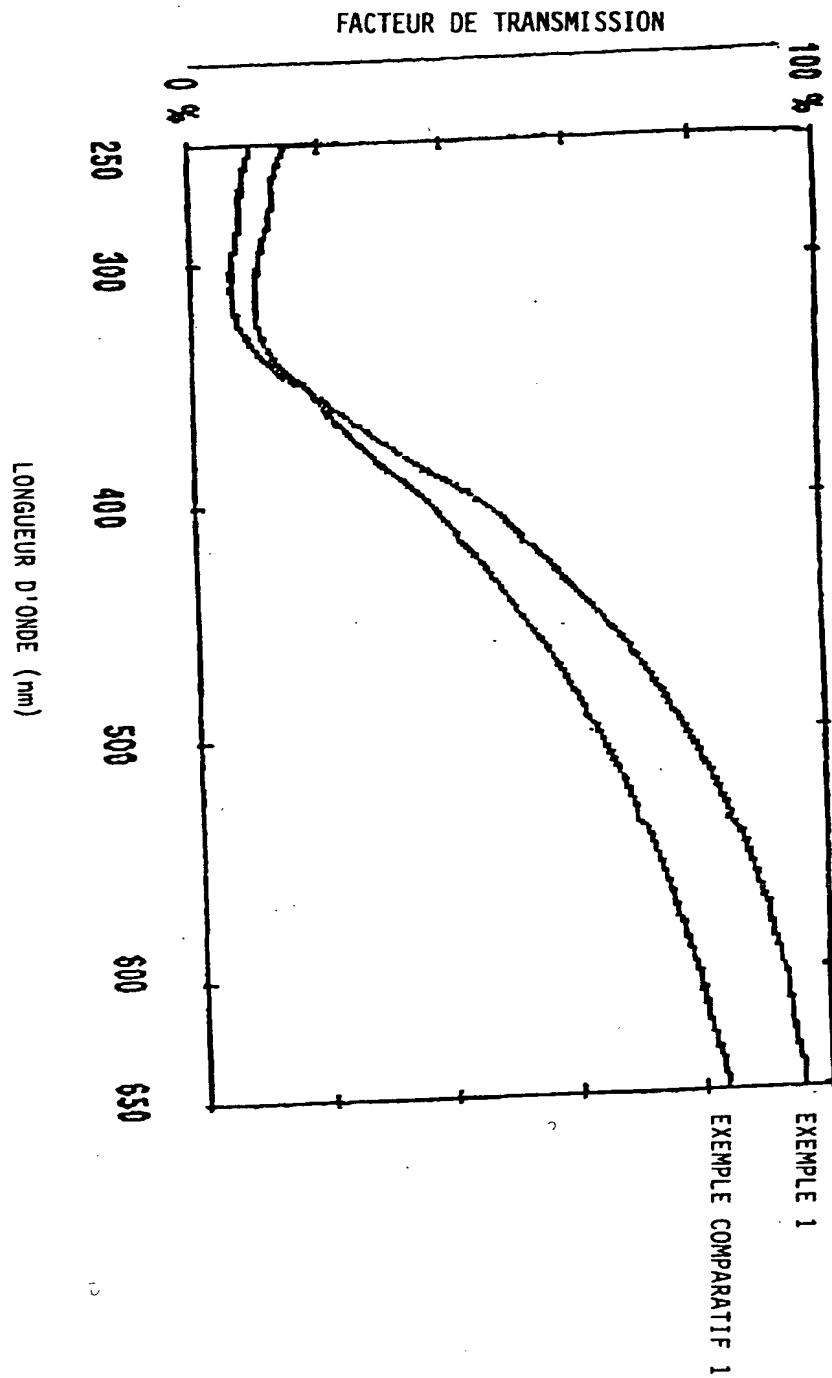


BEST AVAILABLE COPY

FIG. 2

×15000





THIS PAGE BLANK (USPTO)